

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C08L101/00

C08K 3/22 H05K 1/03

H05K 3/46 H01L 23/29

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01801850.5

[43] 公开日 2002 年 12 月 4 日

[11] 公开号 CN 1383446A

[22] 申请日 2001.5.1 [21] 申请号 01801850.5

[30] 优先权

[32] 2000.5.2 [33] JP [31] 133788/00

[32] 2000.5.15 [33] JP [31] 141962/00

[86] 国际申请 PCT/JP01/03771 2001.5.1

[87] 国际公布 WO01/83620 日 2001.11.8

[85] 进入国家阶段日期 2002.2.28

[71] 申请人 协和化学工业株式会社

地址 日本香川县高松市

[72] 发明人 安藤太郎 真锅等 清水晃治

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 魏金玺 邵红

权利要求书 2 页 说明书 18 页 附图 0 页

[54] 发明名称 电机及电子仪器用树脂组合物

[57] 摘要

一种电机及电子仪器用热塑性树脂组合物,它是由(a)热固性树脂和(b)氢氧化镁粒子构成的热固性树脂组合物,其特征在于,该氢氧化镁粒子满足下述(i)~(iv)条件。(i)采用激光衍射散射法测定的平均2次粒径为0.5~5 μm ; (ii) BET 法比表面积为0.1~10 m^2/g ; (iii) Fe 化合物和 Mn 化合物的含量合计量,按金属计,在0.02重量%以下,且(iv) U 化合物和 Th 化合物的含量合计量,换算成金属,在10ppb以下。本发明提供一种阻燃性、耐水性、热传导性和耐热性均优良的电机及电子零件用热塑性树脂组合物。

ISSN 1000-8427 4

(ng/g) 以下。为此, 就要求配合到用作密封材料的合成树脂中的氢氧化镁中的放射性物质含量是微量的, 也就是要求低剂量的 α 射线。

另外还发现, 氢氧化镁粒子中的水溶性碱金属盐对耐水绝缘性有影响。

- 5 因此, 根据本发明者等的研究, 在合成树脂中配合一定量的氢氧化镁粒子, 进而根据需要配合一定量的其他无机填充剂, 由此可以获得即使在高温高湿条件下也具有充分的耐水性、对模具或电子零件具有耐腐蚀性而且阻燃性和热传导性优良、并且可抑制存储器软错误发生的电子零件用树脂组合物及其成型制品。上述的氢氧化镁粒子是含有
- 10 有一定量以下的作为杂质的 Fe 化合物、Mn 化合物、U 化合物以及 Th 化合物的高纯度氢氧化镁, 并且其平均 2 次粒径在 $5\ \mu\text{m}$ 以下, 而且比表面积 (BET) 的值在 $10\ \text{m}^2/\text{g}$ 以下。

 本发明是基于上述经验而完成的。即, 本发明提供一种电气及电子仪器用热塑性树脂组合物, 它是由 (a) 热固性树脂和 (b) 氢氧化

15 镁粒子构成的热固性树脂组合物, 其特征在于, 该氢氧化镁粒子满足下述 (i) ~ (iv) 条件。

- (i) 采用激光衍射散射法测定的平均 2 次粒径为 $0.5 \sim 5\ \mu\text{m}$
- (ii) BET 法比表面积为 $0.1 \sim 10\ \text{m}^2/\text{g}$
- (iii) Fe 化合物和 Mn 化合物的含量合计量, 按金属计, 在 0.02
- 20 重量 % 以下, 且
- (iv) U 化合物和 Th 化合物的含量合计量, 换算成金属, 在 10 ppb 以下

 以下更详细地说明本发明。

- 氢氧化镁粒子, 不仅对热传导性有影响, 而且氢氧化镁中的铁化
- 25 合物和锰化合物的含量越多, 越容易使所配合的树脂的热稳定性显著降低。但是, 这些化合物的合计量只是满足上述范围, 还没有理由就说树脂的物性就不会受到损害, 此外, 上述平均 2 次粒径和比表面积也必须满足各自的上述范围。粒子的平均 2 次粒径越大, 与树脂的接触面越小, 热稳定性越好, 但会出现机械强度降低和外观不良的问题。
- 30 故氢氧化镁的平均 2 次粒径的有效范围是 $0.5 \sim 5\ \mu\text{m}$, 优选为 $0.7 \sim 3\ \mu\text{m}$ 。

 另外, 氢氧化镁粒子采用 BET 法测定的比表面积通常为 $0.1 \sim 10$

吸收剂, 例如羟基二苯甲酮类、羟基苯并三唑类、二氨基苯乙烯基苄基磺酸衍生物、咪唑衍生物、香豆素衍生物等。作为这类有机紫外线吸收剂, 可以举出 2-羟基-4-辛氧基二苯甲酮、2-(2-羟基-5-甲基-苯基)苯并三唑、4-甲基-7-二乙基氨基香豆素、二-(1,5-二苯基-吡唑啉-3-基)-苯乙烯、1-(苯基)-3,3-(4-叔丁基-苯乙烯基)-5-(4-叔丁基-苯基)-吡唑啉等。

作为无机紫外线遮蔽剂, 有例如 $Zn_xAl_2O_{3+x}$ ($x=1\sim10$)、氧化钛、粘土和碳酸钙等。也可以将它们 2 种以上合并使用。

紫外线吸收剂或紫外线遮蔽剂的含量, 对于树脂组合物来说, 优选为 0.001~2 重量%。如果其含量少于 0.001 重量%, 则效果不好, 而如果超过 2 重量%, 则加热会引起变色。

本发明的树脂组合物中, 还可根据需要添加固化剂天然石蜡、合成蜡、高级脂肪酸及其金属盐类、或者链烷烃等的脱模剂; 炭黑等着色剂、颜料、发泡剂、增塑剂、填充剂、受酸剂、补强剂、抗氧化剂、抗静电剂、润滑剂、稳定剂、固化促进剂等。

另外, 为了降低应力, 还可以添加各种弹性体或预先与其进行反应后再使用。具体地可以举出聚丁二烯、丁二烯-丙烯腈共聚物、硅橡胶、硅油等添加型或反应型的弹性体等。本发明的树脂组合物优选通过将各成分熔融混炼来混合, 可采用例如捏合机、单螺杆或双螺杆挤出机或共捏合机等公知的混炼方法进行熔融混炼来制造。

本发明的树脂组合物通常以粉末或料片状态用于电子零件的成型。例如作为利用树脂组合物成型把半导体固定到基板上的电子零件的方法, 一般是低压传递成型法, 也可以是注射成型法或压缩成型法。作为成型条件, 例如在成型温度 150~200℃、压力 5~15 MPa、成型时间 30~300 秒的条件下将树脂组合物成型, 制成树脂组合物的固化物, 由此制造密封的半导体成型物。另外, 根据需要, 也不妨将上述成型物在 100~200℃下补充进行 2~15 小时的加热处理。

实施例

实施例中, 只要不特别指明, %和份就表示重量%和重量份。实施例中, 氢氧化镁粒子的特性和成型物的物性按照下述方法进行测定。成型采用传递成型。

(1) 氢氧化镁粒子的平均 2 次粒径

使用 MICROTRAC 粒度分析仪 SPA 型[LEEDS & NORTHR UP INSTRUMENTS 公司制]进行测定。

5 将试样粉末 700 mg 加入 70 ml 水中，用超声波（NISSEI 公司制，型号 US-300，电流 300 μ A）分散处理 3 分钟，然后采集该分散液 2~4 ml，加入装有 250 ml 除气水的上述粒度分析仪的试样室中，开动分析仪，将该悬浮液循环 8 分钟后，测定粒度分布。共进行 2 次测定，计算出各测定所获得的 50% 累计 2 次粒径的算术平均值，作为试样的平均 2 次粒径。

（2）氢氧化镁粒子的 BET 法比表面积

10 采用液氮吸附法测定。

（3）U 和 Th 含量

采用 ICP-MS（Inductivity Coupled Plasma-Mass Spectrometry）或原子吸光法测定。

（4）水溶性碱金属盐和氯（Cl）含量

15 采用原子吸光法测定。

（5）重金属含量

采用 ICP 质量分析法测定。

（6）阻燃性

以 UL 94VE 法为基准测定。

20 （7）热传导率

使用京都电子工业（株）生产的 QTM 迅速热传导率仪，采用传感器法测定。

（8）热稳定性

装置：タバイエスペック制吉尔老化试验箱 GPHH-100

25 设定条件：150℃，调节风门（damper）开度 50%

将 2 个试验片作为 1 组，用纸插入上部，用金属夹固定吊在旋转环上，随时间变化取出

试验片：1/12 英寸

判定：将试验片被确认白化的时间作为热劣化的标准。

30 （9）成型品的耐水绝缘性试验

将合成树脂的 4 边用剪子剪断，形成各边长为 10 cm 的正方形、厚 2 mm 的长方体的试验片，将其在 95℃的离子交换水中浸渍 48 小时，